

# ЗОНДОВАЯ ( $^{57}\text{Fe}$ ) МЁССБАУЭРОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА В СИСТЕМЕ Мо-О

*Протасов А.В.*

*Руководитель – проф., д.ф.-м.н. Елсуков Е.П.*

Учреждение Российской академии наук Физико-технический институт

УрО РАН, г. Ижевск

protasov@fnms.fti.udm.ru

Целью настоящей работы было экспериментальное исследование механического сплавления (МС) композитной системы Мо / 8 ат. % О с 1 ат. %  $^{57}\text{Fe}$ . Ожидалось, что использование мёссбауэровского зонда  $^{57}\text{Fe}$  позволит получить информацию об особенностях формирования наноструктуры и твердофазных реакциях в механоактивированной системе Мо-О.

В исходном порошке Мо кислород преимущественно локализован на границах зерен (ГЗ). МС систем Мо-О и Мо-О-Fe осуществлялось в шаровой планетарной мельнице Пульверизетте-7 в инертной среде Ar. Время обработки ( $t_{\text{mil}}$ ) варьировалось от 0,5 до 16 часов.

Для обеих систем на начальной стадии обработки наблюдалось резкое уменьшение размеров зерна ( $L$ ), увеличение уровня микроискажений ( $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2}$ ) ОЦК решетки Мо и уменьшение интенсивности секстета  $\alpha\text{-Fe}$  в мёссбауэровском спектре. Однако, растворение атомов О и Fe в объеме зерна Мо (т.е., непосредственно, процесс МС) проходит при  $t_{\text{mil}} > 2$  ч при достижении  $L \approx 10$  нм и  $\langle \epsilon^2 \rangle^{1/2} \approx 0,4\%$ . По данным рентгеновской дифракции на всем протяжении процесса МС сохранялась ОЦК структура. При этом увеличение параметра решетки  $a$  для систем Мо-О указывает на формирование твердого раствора внедрения, в то время как атом  $^{57}\text{Fe}$  в системе Мо-О-Fe локализуется в позициях замещения (рис. 1,а).

Практическая неизменность параметра ОЦК решетки и уменьшение  $L$  до 15 нм при  $t_{\text{mil}} \leq 2$  ч указывает на то, что часть атомов Fe из  $\alpha\text{-Fe}$  и атомы О локализованы в интерфейсах, включающих в себя ГЗ и приграничные искаженные зоны (ПЗ). На рис.2, а для образца  $t_{\text{mil}} = 0,5$  ч представлена выделенная немагнитная часть мёссбауэровского спектра, характеризующая тремя компонентами Fe(1), Fe(2) и Fe(3). На конечной стадии измельчения при  $t_{\text{mil}} = 16$  ч в спектре присутствуют только компоненты Fe(1) и Fe(3) (рис. 2,б). Зависимости концентрации атомов Fe для различных составляющих от  $t_{\text{mil}}$  приведены на рис. 1,б и в. Согласно [1] компонента Fe(3) с большим изомерным сдвигом ( $\sim 2$  мм/с) может быть приписана кластерам Мо-О-Fe, локализованным непосредственно в ГЗ.

Компонента Fe(2), исчезающая при  $t_{\text{mil}} = 3...4$  ч при достижении  $L = 10...15$  нм, обусловлена комплексами Fe-О в ядрах дислокаций Мо,

стекающих в ПЗ интерфейсов при уменьшении  $L$  с увеличением  $t_{\text{mil}}$ . Положительный изомерный сдвиг ( $\sim 0,7$  мм/с) для атомов Fe в позиции Fe(2) можно объяснить локализацией атомов Fe и O в зонах растяжения и сжатия ядра дислокаций, соответственно. Наконец, компонента Fe(1) соответствует атомам Fe, растворенным в ОЦК Mo-O как в ПЗ – Fe(1)<sub>ПЗ</sub>, так и в объеме зерна ОЦК Mo-O – Fe(1)<sub>ОЗ</sub>. Отличие Fe(1)<sub>ПЗ</sub> и Fe(1)<sub>ОЗ</sub> заключается в ширине мёссбауэровских линий 0,68 и 0,45 мм/с, соответственно (рис. 2,б).

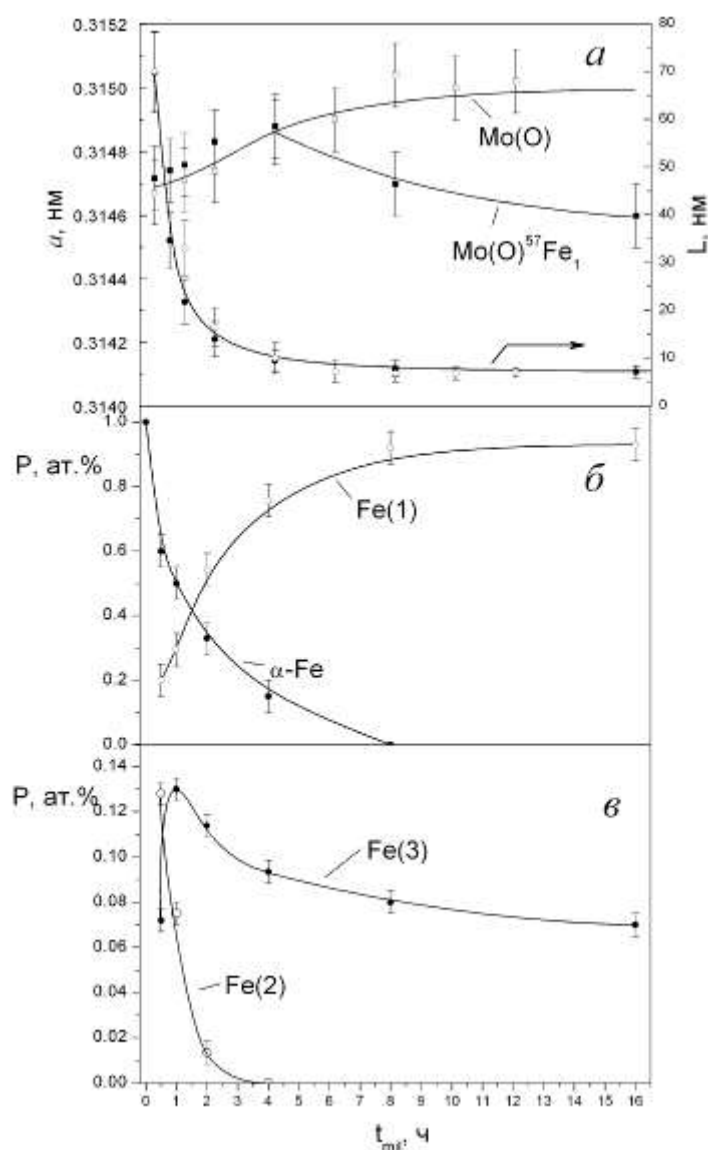


Рисунок 1.

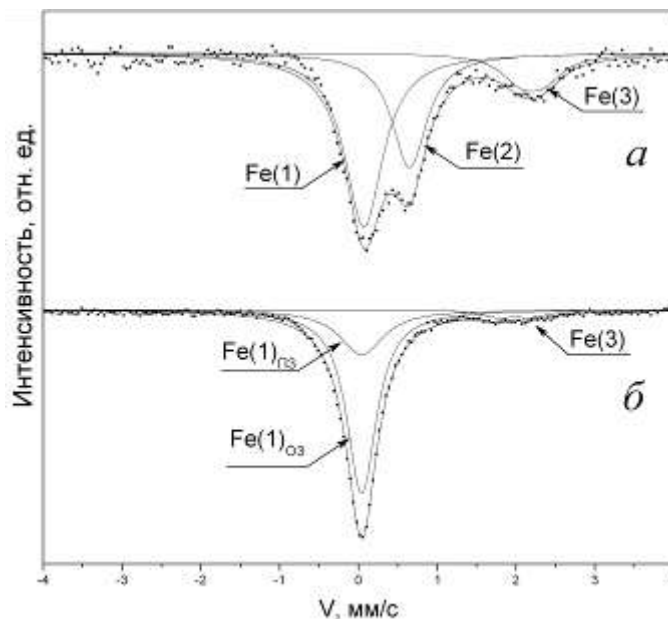


Рисунок 2. а –  $t_{\text{mil}} = 0,5$  ч; б –  $t_{\text{mil}} = 16$  ч

По данным полевой ионной микроскопии ширина ГЗ  $d_{\text{ГЗ}}$  в материалах, подвергнутых интенсивной пластической деформации, не превышает 0,2 нм [2]. Оценка величины интерфейсов  $d_{\text{if}} = d_{\text{ГЗ}} \cdot [\text{Fe}(1) + \text{Fe}(2) + \text{Fe}(3)] / \text{Fe}(3)$  при  $t_{\text{mil}} \leq 2$  ч составляет 1 нм. При  $d_{\text{if}} = 1$  нм и  $L = 7$  нм ( $t_{\text{mil}} = 16$  ч) объемная доля интерфейсов составляет  $P_{\text{if}}(\text{расч}) = 37\%$ . Из соотношения  $[\text{Fe}(1)_{\text{ГЗ}} + \text{Fe}(3)] / [\text{Fe}(1) + \text{Fe}(3)]$  для  $t_{\text{mil}} = 16$  ч получаем  $P_{\text{if}}(\text{эксп}) = 40\%$ . Наконец, при предположении равномерного распределения атомов Fe при  $t_{\text{mil}} = 16$  ч экспериментальная оценка объемной доли ГЗ составляет  $P_{\text{ГЗ}}(\text{эксп}) = \text{Fe}(3) / [\text{Fe}(1) + \text{Fe}(3)] = 7\%$ . Расчетное значение составляет  $P_{\text{ГЗ}}(\text{расч}) = 8\%$ . Таким образом, при рассмотрении процессов МС в металлических системах экспериментально обоснованными являются оценки ширин ГЗ и интерфейсов в 0,2 и 1 нм, соответственно.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 10-03-00077).

Используемые литературные источники:

1. Колосков В.М., ФММ, 1994, т.77, №6, с. 88
2. Ивченко В.А. и др., ФТВД, 2003, т.13, №3, с.109